

Cellulose ether prods. with high degree of polymerisation - prepd. by etherifying raw cotton linters with alkyl halide and opt. alkylene oxide, useful thickening agents

Patent number: DE4034709
Publication date: 1991-05-08
Inventor: HAYAKAWA KAZUHISA (JP); NAKAMURA SHIN-ICHIRO (JP); MUTO HIROAKI (JP)
Applicant: SHINETSU CHEMICAL CO (JP)
Classification:
- **international:** C08B11/08
- **european:** C04B24/38B; C08B11/02; C08B11/193
Application number: DE19904034709 19901101
Priority number(s): JP19890286399 19891102

Also published as:



JP3146501 (A)

[Report a data error here](#)

Abstract of DE4034709

Cellulose ethers (I) are prepd by (1) reacting 100 pts (all pts wt) dry war linters with 60-190 pts alkyl halide (II) in presence of 50-150 pts alkali to etherify cellulose in the linters (2) washing etherified raw linters with hot water and drying. Linters are etherified With mixt to 60-90 pts. (II) and up to 100 pts alkylene oxide (III). (II) is MeCl at EtCl. (III) is ethylene oxide or propylene oxide. USE/ADVANTAGE - Thickening agent, partic as additive to cement-based hydraulic mortars or concrete compsns, esp for extrusion or injection casting of preformed objects without use of asbestos as reinforcement. (I), obt'd using linters instead of refined linter pulp, have high degree of polymerisation, prime cost is reduced, aq soln ahs very high viscosity (min 20,000 cPs for 1% soln at 20 deg C), less additive is required.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY



DEUTSCHES

PATENTAMT

(21) Aktenzeichen: P 40 34 709.5

(22) Anmeldetag: 1. 11. 90

(43) Offenlegungstag: 8. 5. 91

DE 40 34 709 A 1

BEST AVAILABLE COPY

(30) Unionspriorität: (32) (33) (31)

02.11.89 JP 1-286399

(71) Anmelder:

Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., Tokio/Tokyo, JP

(74) Vertreter:

Fuchs, J., Dr.-Ing. Dipl.-Ing. B.Com.; Luderschmidt,
W., Dipl.-Chem. Dr.phil.nat.; Seids, H., Dipl.-Phys.;
Mehler, K., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat.; Weiß, C.,
Dipl.-Ing.Univ., Pat.-Anwälte, 6200 Wiesbaden

(72) Erfinder:

Hayakawa, Kazuhisa; Nakamura, Shin-ichiro; Muto,
Hiroaki, Joetsu, Niigata, JP

(54) Verfahren zur Herstellung von Celluloseether mit hohem Polymerisationsgrad

Es wird ein Verfahren zur Herstellung eines wasserlöslichen Celluloseethers vorgeschlagen, der sich zur Erzeugung einer wäßrigen Lösung mit einer sehr hohen Viskosität eignet, so daß er vorteilhaft als Zusatz zu einem hydraulischen Mörtel auf Zementbasis oder einer Betonzusammensetzung, auch bei gleichzeitiger Verminderung der Zugabemenge, eingesetzt werden kann. Das Verfahren umfaßt die Umsetzung von Rohbaumwoll-Linters anstelle der herkömmlichen raffinierten Linterspulle in einer Veretherungsreaktion mit einem Alkylchlorid und optionell einem Alkylperoxid unter Anwesenheit von Alkali, gefolgt vom Auswaschen mit heißem Wasser und Trocknen.

DE 40 34 709 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von wasserlöslichem Celluloseether mit hohem Polymerisationsgrad, der als Zusatz zu Wassermörtel auf Zementbasis oder zu Betonzusammensetzungen, insbesondere

zum Strang-/Spritzgießen von vorgeformten Körpern verwendet werden kann.

Celluloseether stellen eine Klasse von wasserlöslichen Polymerverbindungen dar, die bei Zugabe einer relativ kleinen Menge zu einer wäßrigen Lösung oder Zusammensetzung einen bemerkenswerten Eindickungseffekt zeigen können, so daß sie weit verbreitet und industriell vielfältig als Verdickungsmittel für wäßrige Lösungen oder Zusammensetzungen anwendbar sind, ebenso wie als wasserlösliches Bindemittel. Kommerziell erhältliche und industriell einsetzbare Celluloseether haben einen Polymerisationsgrad entsprechend einem großen Viskositätsbereich einer 2 Gew.-%igen wäßrigen Lösung zwischen 3 und 100 000 cps bei 20°C, wodurch zur Erreichung des angestrebten Eindickungs- oder Bindeeffektes unter Zugabe einer geeigneten Menge in Abhängigkeit von der speziell beabsichtigten Anwendung die Auswahl eines Celluloseetherproduktes ermöglicht wird. Sofern sie einen hohen Polymerisationsgrad aufweisen, werden unter verschiedenen Arten von Celluloseethern Alkylcelluloseether, wie z. B. Methylcellulose, die durch Veretherung von Cellulose mit einem Alkylhalogenid, wie z. B. Methylchlorid, hergestellt werden kann, als Zusatz für hydraulische Zusammensetzungen auf Zementbasis bevorzugt.

Zur Anwendbarkeit der in den letzten Jahren entwickelten Celluloseether sind jetzt Untersuchungen zum Herstellungsverfahren von vorgeformten Körpern auf hydraulischer Zementbasis durch Extrusion im Gange, wobei unter Vermeidung von Asbest als Verstärkermittel ein Celluloseether und Betonvormischungen, die eine durch die Zugabe von Celluloseether gesteigerte Konsistenz aufweisen, verwendet werden.

Es ist bekannt, daß der für die oben erwähnten Anwendungen als Additiv eingesetzte Celluloseether einen möglichst hohen Polymerisationsgrad aufweisen sollte, weil es dadurch gelingt, einer wäßrigen Lösung eine hohe Viskosität zur Erzielung des angestrebten Eindickungs- oder Bindeeffektes zu verleihen. Dabei besteht die Möglichkeit, die zugegebene Menge des Additivs zu senken. Deswegen besteht ein technisches Problem bezüglich dieser wasserlöslichen Celluloseetherprodukte dahingehend, ein effizientes Verfahren für die Herstellung von Celluloseether zu entwickeln, welcher bei niedrigen Gestehungskosten einen stark erhöhten Polymerisationsgrad aufweist.

Es ist bekannt, daß Cellulose und deren Derivate einschließlich Celluloseether unter verschiedenen Einflüssen, wie beispielsweise mechanischer Krafteinwirkung, Hitze, Chemikalien, z. B. Säuren und Laugen, Mikroorganismen u. ä., einem besonders starken Abbau oder der Depolymerisation unterliegen. Darum wurden in der Technologie der Cellulose und verwandter Produkte vielfältige Versuche und Vorschläge gemacht, um den Polymerisationsgrad der Celluloseprodukte angemessen zu kontrollieren und eine unerwünschte Abnahme des Polymerisationsgrades der Celluloseprodukte während der Verarbeitung zu vermeiden.

Generell gesehen kann man erstens ein Celluloseetherprodukt mit einem hohen Polymerisationsgrad durch Verwendung einer Cellulose mit einem möglichst hohen Polymerisationsgrad als Ausgangsmaterial herstellen, und zweitens durch Ausführung der Veretherungsreaktion unter Bedingungen, die so weit wie möglich keine Abnahme des Polymerisationsgrades verursachen.

Das herkömmliche cellulosehaltige Ausgangsmaterial zur Erzeugung von Celluloseethern ist raffinierte Baumwoll-Linters. Die Linterspulpe, die man aus raffinierter Baumwoll-Linters erhält und die bisher üblicherweise auf dem Markt verfügbar ist, hat einen Polymerisationsgrad von ungefähr 2500 bis 3000, ermittelt über die Viskosität einer Kupfer-Ammonium-Lösung von 3000 bis 4500 Sek., gemessen gemäß der A.C.S.-Methode einer 2,5%igen Lösung in einem Kugelfallviskosimeter. Zusammen mit der fortschreitenden Technologie des Baumwoll-Linters-Raffinierens kam in den letzten Jahren ein raffiniertes Baumwoll-Linters-Produkt auf den Markt, das einen höheren Polymerisationsgrad aufweist, wobei dessen Kupfer-Ammonium-Lösung eine Viskosität von 10 000 bis 130 000 Sek. aufweist, entsprechend einem Polymerisationsgrad von ungefähr 5000. Man nimmt nun allgemein an, daß es aufgrund ökonomisch unvertretbarer Kosten keine Möglichkeit gäbe, eine raffinierte Baumwoll-Linters mit noch höherem Polymerisationsgrad in technischen Mengen zu erhalten, obwohl als Laborprodukt eine raffinierte Baumwoll-Linterspulpe erhalten werden kann, die ihren Polymerisationsgrad von vor der Raffinationsbehandlung beibehält.

Bezüglich des Verfahrens zur Veretherung der raffinierten Ausgangsbaumwoll-Linters, ohne Abnahme des Polymerisationsgrades der Cellulose, sind die technologischen Verbesserungen kurz vor der Vollendung. Sie schließen die Schritte der Alkalisierung der Ausgangscellulose und der Reaktion der alkalisierten Cellulose mit einem Alkylhalogenid ein, wobei der Veretherungsgrad des Celluloseethers stark von der zur Alkalisierung zugegebenen Menge der Alkaliverbindung abhängt. Bei gegebener raffinierter Ausgangsbaumwoll-Linterspulpe mit begrenztem Polymerisationsgrad ist es auf jeden Fall wichtig, ein weiter verbessertes Verfahren für den Veretherungsprozeß des Ausgangscellulosematerials mit einer möglichst geringen Abnahme des Polymerisationsgrades zu entwickeln. Dennoch wird beim gegenwärtigen Stand der Technologie allgemein anerkannt, daß die den Polymerisationsgrad angegebende höchste Viskosität einer 1%igen wäßrigen Lösung bei 20°C bei ungefähr 20 000 cps liegt, selbst dann, wenn man die beste Technologie auf die raffinierte Baumwoll-Linterspulpe mit höchstem verfügbaren Polymerisationsgrad anwendet.

Deswegen ist es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, bei niedrigen Kosten ein neuartiges und verbessertes Verfahren für die Herstellung von Celluloseether mit nach dem bisherigen Stand der Technik nicht erhältlichen überragend hohen Polymerisationsgrad zur Verfügung zu stellen, wobei der Polymerisationsgrad einer Viskosität von mindestens 20 000 cps einer 1 Gew.-%igen wäßrigen Lösung bei 20°C entspricht.

Die Erfinder haben bezüglich der oben genannten Aufgabe umfangreiche Untersuchungen ausgeführt und sind zu dem überraschenden Ergebnis gekommen, daß eine Möglichkeit, solch einen, zur Verwendung als Additiv zu einer hydraulischen auf Zementbasis härtbaren Zusammensetzung geeigneten, Celluloseether mit

hohem Polymerisationsgrad, zu erzielen, darin besteht, ein Cellulose-Ausgangsmaterial zu benutzen, das bisher nicht als Ausgangsmaterial für Celluloseetherprodukte verwendet wurde. Namentlich ist das erfindungsgemäß verwendete Cellulose-Ausgangsmaterial Rohlinters, die als solche nach Entfernen der Lints durch Abtrennung von den Baumwollsaamen erhalten wird.

Somit umfaßt das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von Celluloseethern mit hohem Molekulargewicht folgende Schritte:

- a) Zur Ausführung einer Veretherungsreaktion von Cellulose werden 100 Gewichtsteile Rohbaumwoll-Linters bezogen auf den trockenen Zustand, mit 60 bis 190 Gewichtsteilen Alkylhalogenid in Gegenwart von zwischen 50 und 150 Gewichtsteilen einer basischen oder alkalischen Verbindung umgesetzt;
- b) die rohe Baumwoll-Linters wird nach der Veretherungsreaktion mit heißem Wasser gewaschen; und
- c) die rohe Baumwoll-Linters wird nach der Veretherungsreaktion und dem Waschen mit heißem Wasser getrocknet.

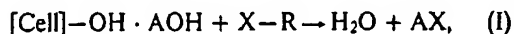
Die oben erwähnte Veretherungsreaktion kann dadurch erfolgen, daß man bis zu 100 Gewichtsteile eines Alkylenoxids in Verbindung mit dem Alkylhalogenid verwendet.

Bekanntermaßen enthält die Rohlinters gewöhnlich ca. 90 Gew.% α -Cellulose, wobei die Rohlinters üblicherweise einer Raffinierungs-Behandlung unterzogen wird, durch die der Cellulosegehalt darin auf ca. 99% aufgestockt wird. Da die Raffinierungs-Behandlung in einem Prozeß ausgeführt wird, der das Kochen der Rohlinters in einer verdünnten wäßrigen Lösung von Natriumhydroxid, das Bleichen mit einem Bleichmittel auf Chlorbasis, wie z. B. Natriumhypochlorit u. ä., das Entaschen mit einer Säure usw. umfaßt, ist es unvermeidbar, daß die Cellulose in der Ausgangsrohlinters, die gewöhnlich einen Polymerisationsgrad von ca. 5000 aufweist, dem Effekt einer fortschreitenden Depolymerisation unterliegt. Dadurch wird eine Abnahme des Molekulargewichts auf höchstens ca. 2500 bei der Baumwoll-Linters nach dem Raffinieren verursacht. Um ein Celluloseetherprodukt mit einem sehr viel höheren Molekulargewicht zu erhalten, wird erfindungsgemäß die Baumwoll-Linters zur Gewährleistung des höchstmöglichen Molekulargewichts vor der Raffinierungs-Behandlung als solche verethert.

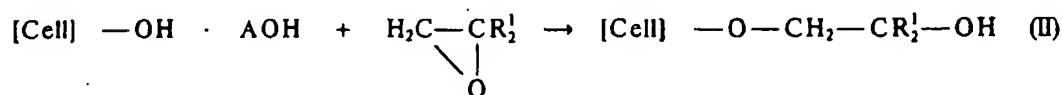
Bekanntlich enthält die Rohlinters für gewöhnlich 1 bis 4 Gew.% an Verunreinigungen, wie z. B. pektinund proteinhaltige Materialien. Ein Problem bei den Untersuchungen bestand darin, daß die Ausbeute des erwünschten Celluloseetherprodukts nicht hoch genug war oder das Produkt infolge dieser unerwünschten Verunreinigungen und des relativ niedrigen Cellulosegehalts im Ausgangsmaterial gefärbt war. Dieses Problem aber kann auch bei wesentlichen Ausbeuteeinbußen gut durch die niedrigen Kosten für das Ausgangsmaterial ausgeglichen werden, weil die Rohbaumwoll-Linters zu weniger als einem Drittel der Kosten von raffinierter Baumwoll-Linterspulpe erhältlich ist, so daß das Produkt aus der Rohlinters sehr viel billiger ist als das aus raffinierter Baumwoll-Linters hergestellte Produkt. Weiterhin verursacht die Färbung der Celluloseetherprodukte keine besonderen Probleme, wenn beabsichtigt ist, das Celluloseetherprodukt als Zusatz zu hydraulischen Zusammensetzungen auf Zementbasis zu verwenden, da die Zugabemenge davon gewöhnlich weniger als 1 Gew.% oder kleiner ist und dadurch meistens kein Einfluß auf die Qualität oder Farbe der Produkte auf Zementbasis ausgeübt wird.

Das im erfindungsgemäßen Verfahren verwendete Cellulose-Ausgangsmaterial ist Rohbaumwoll-Linters, die nach dem Entkernen als an Baumwollsaamen anhaftende flaumige Kurzfasern erhalten wird. Die vom Baumwollsaamen abgetrennte Rohbaumwoll-Linters wird im Unterschied zur herkömmlichen raffinierten Baumwoll-Linters als solche verwendet, ohne daß eine Raffinierungs-Behandlung durch Einsatz einer alkalischen wäßrigen Lösung oder eines Bleichmittels vorgenommen wird. Die bei der Veretherungsreaktion verwendete basische oder alkalische Verbindung dient zum Lösen der kristallinen Cellulosestrukturen, was die Veretherungsreaktion hervorragend beschleunigt. Es ist bedeutsam, daß die Veretherungsreaktion vollständig durchgeführt werden kann, ohne daß eine wesentliche Menge der Alkaliverbindung zurückbleibt, die eine Abnahme des Cellulosepolymerisationsgrades durch Reaktion infolge ihrer Aktivität in Verbindung mit atmosphärischem Sauerstoff verursachen kann. In dieser Hinsicht beträgt die Menge der zur Veretherungsreaktion verwendeten Alkaliverbindung vorzugsweise 50 bis 150 Gewichtsteile pro 100 Gewichtsteile getrockneter Rohbaumwoll-Linters und die Menge sollte vorzugsweise 90 Mol-%, bezogen auf das eingesetzte Alkylhalogenid, nicht überschreiten.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren verläuft der Vorgang der Veretherung über zwei unterschiedliche Reaktionen, wobei eine erste Reaktion durch die Reaktionsgleichung ausgedrückt wird:



worin für die Reaktion von Alkalicellulose mit einem Alkylhalogenid (Cell) einen Celluloserest, AOH ein Alkalihydroxid, X ein Chlor- oder Bromatom und R eine Alkylgruppe bedeuten, und wobei eine zweite Reaktion durch die Reaktionsgleichung ausgedrückt wird:



worin R^1 ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe bei der Reaktion von Alkalicellulose mit einem Alkylenoxid bedeutet. Diese beiden Reaktionen können in Konkurrenz ablaufen.

Einzig das Reaktionsprodukt nach Reaktion der Gleichung (II) ist in heißem Wasser löslich, so daß das Reaktionsprodukt nach Vervollständigung der Reaktion von Verunreinigungen durch Waschen mit einem organischen Lösungsmittel befreit werden muß, was unvermeidbar zu einem Anstieg der Produktionskosten

führt.

Das im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Alkylhalogenid ist beispielsweise Methylchlorid oder Ethylchlorid, welche ggf. auch zusammen eingesetzt werden können. Grundsätzlich können alle höheren Alkylhalogenide als Celluloseveretherungsmittel eingesetzt werden, sind aber für das erfindungsgemäße Verfahren nicht geeignet, weil die durch Verwendung solcher hoher Alkylhalogenide erhaltenen Celluloseetherprodukte in Wasser weniger löslich und dadurch zur Verwendung als Additiv zu hydraulischen Zusammensetzungen auf Zementbasis ungeeignet sind.

Die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Menge Alkylhalogenid bewegt sich im Bereich zwischen 60 und 190 Gewichtsteile pro 100 Gewichtsteile Rohbaumwoll-Linters im getrockneten Zustand. Falls deren Menge zu klein ist, kann das Celluloseetherprodukt eine wesentliche Menge der nicht reagierten cellulosischen kristallinen Phase enthalten, so daß die Löslichkeit des Celluloseethers in Wasser abnimmt, wodurch die wäßrige Lösung nicht die gewünschte Viskosität aufweist. Falls andererseits die Menge von Alkylhalogenid zu groß ist, kann das Celluloseetherprodukt u. U. hydrophobe Eigenschaften besitzen, was dann infolge der verminderten Löslichkeit des Celluloseethers in Wasser nicht zu der vollen Viskosität der wäßrigen Lösung führt.

Die Veretherungsreaktion nach dem erfindungsgemäßen Verfahren kann ausgeführt werden, indem man ein Alkylenoxid in Verbindung mit dem oben erwähnten Alkylenhalogenid verwendet. Der durch diese kombinierte Anwendung hergestellte Celluloseether ist mit weiter verbesserter Wasserlöslichkeit ausgestattet. Ein für das erfindungsgemäße Verfahren geeignetes Alkylenoxid umfaßt Propylenoxid und Ethylenoxid.

Jedes höhere Alkylenoxid kann als Veretherungsmittel benutzt werden, aber ein durch die Verwendung eines solchen höheren Alkylenoxids hergestelltes Celluloseetherprodukt ist aufgrund der erhöhten hydrophoben Eigenschaft weniger wasserlöslich. Im Einsatz sollte die Menge Alkylenoxid 100 Gewichtsteile pro 100 Gewichtsteile Rohbaumwoll-Linters, bezogen auf den Trockenzustand, nicht überschreiten. Die Wasserlöslichkeit des Celluloseetherproduktes kann sogar durch die Verwendung eines Alkylenoxids in einem hohen Überschuß nicht weiter gesteigert werden.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird die Veretherungsreaktion in einem Druckreaktionskessel durchgeführt, in den als Ausgangsmaterial die Rohbaumwoll-Linters eingefüllt wird. Nachfolgend wird der Kessel evakuiert und das Alkylhalogenid eingeführt. Falls notwendig, werden das Alkylenoxid und die Reaktionsmischung im Reaktionskessel bei einer Temperatur im Bereich zwischen Raumtemperatur und 100°C mehrere Stunden lang bewegt. Optionell kann man die Reaktionsmischung mit einem inerten Lösungsmittel, wie z. B. Dimethylether, vermischen.

Nach Vervollständigung der Veretherungsreaktion wird die Reaktionsmischung mit Wasser gewaschen, welches, zur Entfernung des Alkalihalogenids und anderer Nebenprodukte eine Temperatur von 80°C oder höher aufweisen sollte, um den Celluloseether nicht aufzulösen. Anschließend wird der Rückstand getrocknet und zerkleinert oder zu feinstem Puder pulverisiert, das sich zum Auflösen in Wasser eignet.

Im folgenden wird das erfindungsgemäße Verfahren detailliert an Beispielen beschrieben, obwohl das Ausmaß der Erfindung dadurch in keinsten Weise begrenzt ist. In der folgenden Beschreibung bezieht sich der Ausdruck "Teile" immer auf "Gewichtsteile".

Beispiel 1

In Beispiel 1 wurden 100 Teile Rohbaumwoll-Linters, die 89,0 Gew.-% α -Cellulose enthält, in einen Autoklaven eingeführt, in den nach Evakuierung 100 Teile Natriumhydroxid in Form einer 49 Gew.-%igen wäßrigen Lösung unter Vermeidung von Luftzutritt gegeben wurde. Anschließend wurden 130 Teile Methylchlorid und 30 Teile Propylenoxid unter Bewegung der Mischung zugegeben.

Die Reaktionsmischung wurde im Autoklaven zuerst bei 50°C fünf Stunden, dann bei 80°C zwei Stunden und schließlich bei 90°C eine Stunde bewegt, um die Veretherungsreaktion zu vervollständigen. Die aus dem Autoklaven entfernte Reaktionsmischung wurde durch Zugabe eines überschüssigen Volumens von heißem Wasser bei 80°C oder einer höheren Temperatur gewaschen und nach Abtrennung des wäßrigen Waschmediums bei 105°C getrocknet. Nach einer Pulverisierung wurden schließlich 110 Teile eines trockenen Pulvers von Celluloseetherprodukt erhalten.

Der so erhaltene Celluloseether ergab eine 1%ige wäßrige Lösung, die eine Viskosität von 30 000 cPs bei 20°C aufwies.

Beispiel 2

Das in diesem Beispiel durchgeführte Verfahren entsprach im wesentlichen demjenigen von Beispiel 1, mit der Ausnahme, daß die Menge Natriumhydroxid auf 50 Teile verringert und 130 Teile Methylchlorid durch 60 Teile Ethylchlorid und 30 Teile Propylenoxid durch 15 Teile Ethylenoxid ersetzt wurden. Es wurden 110 Teile eines Celluloseetherproduktes erhalten, das eine 1 Gew.-%ige wäßrige Lösung ergab, die eine Viskosität von 32 000 cps bei 20°C aufwies.

Vergleichsbeispiel 1

Die Vorgehensweise war im wesentlichen dieselbe wie in Beispiel 1, mit der Ausnahme, daß die Menge Natriumhydroxid auf 40 Teile und die Menge Methylchlorid auf 50 Teile vermindert wurden und die Menge Propylenoxid auf 100 Teile erhöht wurde. Es wurden 112 Teile eines Celluloseetherproduktes erhalten, das eine 1 Gew.-%ige wäßrige Lösung ergab, die eine Viskosität von 18 000 cps bei 20°C aufwies.

Vergleichsbeispiel 2

Das Verfahren war im wesentlichen dasselbe wie in Beispiel 1, mit der Ausnahme einer Erhöhung der Menge von Natriumhydroxid auf 160 Teile, einer Erhöhung der Menge von Methylchlorid auf 200 Teile und Ersatz von 30 Teilen von Propylenoxid durch 100 Teile Ethylenoxid. Es wurden 117 Teile eines Celluloseetherprodukts erhalten, das eine 1 Gew.-%ige Lösung ergab, die eine Viskosität von 15 000 cps bei 20°C aufwies.

Vergleichsbeispiel 3

Das Verfahren war im wesentlichen dasselbe wie in Beispiel 1, mit der Ausnahme des Ersatzes der Rohbaumwoll-Linters mit derselben Menge raffinierter Baumwollpulpe, die 98,5 Gew.-% von α -Cellulose enthielt. Es wurden 116 Teile eines Celluloseetherprodukts erhalten, das eine 1 gew.-%ige wäßrige Lösung ergab, die eine Viskosität von 20 000 cps bei 20°C aufwies. Somit betrug die Ausbeute des in Beispiel 1 erhaltenen Produkts ungefähr 95% des Produkts aus diesem Vergleichsbeispiel.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Celluloseethers mit hohem Polymerisationsgrad, welches folgende Schritte aufweist:
 - a) Man setzt 100 Gewichtsteile von getrockneter roher Linters mit einem Alkylhalogenid in einer Menge von 60 bis 190 Gewichtsteilen als Veretherungsmittel unter Anwesenheit von Alkali in einer Menge zwischen 50 und 150 Gewichtsteilen um, um die Cellulose in der Rohlinters zu verethern; und
 - b) man wäscht die veretherte Rohlinters mit heißem Wasser und trocknet sie.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Veretherungsmittel eine Kombination von 60 bis 190 Gewichtsteilen Alkylhalogenid mit bis zu 100 Gewichtsteilen Alkylenoxid einsetzt.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Alkylhalogenid Methylchlorid oder Ethylchlorid ist.
4. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Alkylenoxid Ethylenoxid oder Propylenoxid ist.

BEST AVAILABLE COPY

35

40

45

50

55

60

65

— Leerseite —

BEST AVAILABLE COPY
